

## DISCONTINUOUS POLYETHYLENE TEREPHTHALATE FIBRES AND METHOD FOR PRODUCING THE SAME

**Patent number:** WO0107693

**Publication date:** 2001-02-01

**Inventor:** CORDES INGO (DE); KELLNER CHRISTIAN (DE); MIRWALDT ULRICH (DE); WANDEL DIETMAR (DE)

**Applicant:** LURGI ZIMMER AG (DE); CORDES INGO (DE); KELLNER CHRISTIAN (DE); MIRWALDT ULRICH (DE); WANDEL DIETMAR (DE)

**Classification:**

- **international:** D01F6/62; D01F6/62; (IPC1-7): D01F6/62

- **european:** D01F6/62

**Application number:** WO2000EP06923 20000720

**Priority number(s):** DE19991034551 19990722

**Also published as:**

-  US6645621 (B1)
-  MXPA01013327 (A)
-  DE19934551 (A1)
-  CA2378747 (A1)
-  EP1208252 (B1)

[more >>](#)

**Cited documents:**

-  GB1254826
-  WO9522650
-  JP11189938

[Report a data error here](#)

### Abstract of WO0107693

The present invention relates discontinuous polyethylene terephthalate fibres characterised by a new combination of properties. The association of new stress-elongation and modulus properties enables the production of discontinuous fibres, textiles or household fabrics having very high aesthetic qualities and utility values. The invention also relates to an economical method in two steps for producing said discontinuous polyethylene terephthalate fibres. Fusion spinning is carried out at a high polymer flow-rate and at a running speed of at least 600 m/min. The drawing, thermal setting, creping and drying steps are carried out on a separate drawing bench.

Data supplied from the [esp@cenet](mailto:esp@cenet) database - Worldwide

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES  
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum  
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum  
1. Februar 2001 (01.02.2001)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer  
**WO 01/07693 A1**

(51) Internationale Patentklassifikation<sup>7</sup>: **D01F 6/62** (74) Gemeinsamer Vertreter: LURGI ZIMMER AG; Borsigallee 1, D-60388 Frankfurt am Main (DE).

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP00/06923 (81) Bestimmungsstaaten (*national*): AE, AG, AL, AU, BA, BB, BG, BR, BZ, CA, CN, CR, CU, CZ, DM, DZ, EE, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KR, LC, LK, LR, LS, LT, LV, MA, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NO, NZ, PL, RO, SD, SG, SI, SK, SL, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZW.

(22) Internationales Anmeldedatum: 20. Juli 2000 (20.07.2000) (84) Bestimmungsstaaten (*regional*): eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches Patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE).

(25) Einreichungssprache: Deutsch (71) Anmelder (*für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von US*): LURGI ZIMMER AG [DE/DE]; Borsigallee 1, D-60388 Frankfurt am Main (DE).

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität: 199 34 551.1 22. Juli 1999 (22.07.1999) DE

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (*nur für US*): CORDES, Ingo [DE/DE]; Hasengasse 32, D-63477 Maintal (DE). KELLNER, Christian [DE/DE]; Daimlerstrasse 8, D-63477 Maintal (DE). MIRWALDT, Ulrich [DE/DE]; Goethestrasse 131, D-63477 Maintal (DE). WANDEL, Dietmar [DE/DE]; Johannes-Machern-Strasse 8, D-63456 Hanau (DE).

Veröffentlicht:

- Mit internationalem Recherchenbericht.
- Vor Ablauf der für Änderungen der Ansprüche geltenden Frist; Veröffentlichung wird wiederholt, falls Änderungen eintreffen.

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes, und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.

(54) Title: DISCONTINUOUS POLYETHYLENE TEREPHTHALATE FIBRES AND METHOD FOR PRODUCING THE SAME

(54) Bezeichnung: POLYTRIMETHYLENTEREPHTHALAT-STAPELFASERN UND VERFAHREN ZU IHRER HERSTELLUNG

**WO 01/07693 A1**

(57) Abstract: The present invention relates discontinuous polyethylene terephthalate fibres characterised by a new combination of properties. The association of new stress-elongation and modulus properties enables the production of discontinuous fibres, textiles or household fabrics having very high aesthetic qualities and utility values. The invention also relates to an economical method in two steps for producing said discontinuous polyethylene terephthalate fibres. Fusion spinning is carried out at a high polymer flow-rate and at a running speed of at least 600 m/min. The drawing, thermal setting, creping and drying steps are carried out on a separate drawing bench.

(57) Zusammenfassung: PTT-Stapelfasern, die durch eine neue Kombination von Eigenschaften gekennzeichnet sind. Im Zusammenhang mit neuen Kraft-Dehnungs-Eigenschaften und Modul-Kennwerten werden Stapelfasern bzw. Textilien oder Heimtextilien mit einer überaus erwünschten Ästhetik und Gebrauchswertgüte erhalten. Wirtschaftliches Zweistufenverfahren zur Herstellung von PTT-Stapelfasern. Das Schmelzspinnen erfolgt bei hohem Polymerdurchsatz und einer Spinnabzugsgeschwindigkeit von mindestens 600 m/min. In einer separaten Faserstrecke wird das Verstrecken, Thermofixieren, Kräuseln und Trocknen durchgeführt.

**POLYTRIMETHYLENTEREPHTHALAT-STAPELFASERN UND VERFAHREN  
ZU IHRER HERSTELLUNG**

**Beschreibung:**

Die vorliegende Erfindung betrifft PTT-Stapelfasern [wobei PTT gleich Poly(trimethylenterephthalat) ist] und ein Verfahren zu ihrer Herstellung durch einen zweistufigen Spinn- und Streckprozeß.

5      Stapelfasern aus Polyethylenterephthalat und Schmelzspinnanlagen zu deren Herstellung sind bekannt (Fourné, Synthetische Fasern, Hanser Verlag [1995] Seiten 460 - 462). Aufgrund des unterschiedlichen Kristallisationsverhaltens sind diese Verfahren nicht ohne weiteres auf PTT übertragbar.

10

Es sind auch Verfahren zur Herstellung von PTT-Endlosfilamenten beschrieben. So erwähnt Journal of Polymer Science, Part A-1, Vol. 4, 1851-1857 (1966) u. a. PTT-Fasern. Die angegebenen hohen Verstreckverhältnisse weisen auf eine unwirtschaftlich niedrige 15 Spinngeschwindigkeit hin. Die aufgeführten Fasereigenschaften entsprechen nicht den heutigen Marktanforderungen.

20

EP 0 547 553 A1 beschreibt die Herstellung von Monofilamenten bei 20 m/min Spinngeschwindigkeit und einer Produktionsgeschwindigkeit von 100 m/min.

EP 0 754 790 A2 beschreibt die Herstellung von textilen Filamenten u. a. aus PTT mittels auf hohe Temperaturen erhitzten Heizoberflächen als Streckhilfen. Konkrete Ausführungsbeispiele fehlen.

WO 99/11845 A1 beschreibt Fasern aus PTT, wobei eine Doppelbrechung von mindestens 0,030 erhalten wird. Die angeführten Kenndaten weisen niedrige Reißdehnungen von  $\leq 90\%$  aus, die für die Weiterverarbeitung zu Stapelfasern kein genügend hohes Verstreckverhältnis ermöglichen und damit ungeeignet sind.

WO 99-27168 A1 offenbart ein Hochgeschwindigkeits-Spinnstreckverfahren zur Herstellung von PTT-Filamenten, die auf Garnwickel gespult werden. Hohe Durchsätze und Kabelablage zur Herstellung von Stapelfasern lassen sich daraus nicht herleiten.

CA 86:122866 zu JP 52-08124 A bezieht sich auf die Behandlung von PTT-Multifilamenten mit Heizeinrichtungen, wobei die anzuwendende Verstreckung von 33 % ungeeignet für die Stapelfaserherstellung ist.

CA 86:122865 zu JP 52-08123 A beschreibt die Anwendung einer an sich gewünschten hohen Verstreckung von 300 % bei der Herstellung von PTT-Fasern. Die dazu praktizierte Spinngeschwindigkeit von 360 m/min ist allerdings so niedrig, daß die Wirtschaftlichkeit des Verfahrens in Frage gestellt wird.

CA 86:122856 zu JP52-05320 A beschreibt das Verspinnen von PTT, wobei das praktizierte Verstreckverhältnis auf unwirtschaftlich niedrige Spinngeschwindigkeiten hinweist.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es PTT-Stapelfasern zur Verfügung zu stellen, wobei diese und die aus ihnen hergestellten Textilien und Heimtextilien, insbesondere Teppiche, im Vergleich zu konventionellen Fasern ein hohes Maß an Ästhetik und Gebrauchswertgüte sowie umweltschonende Färbeeigenschaften aufweisen sollten. Die Herstellung dieser PTT Stapelfasern sollte in einem Zweistufenverfahren

des Schmelzspinnens und Verstreckens erfolgen, welches eine höhere Wirtschaftlichkeit aufweist, als die zuvor genannten Verfahren für Endlosfilamente.

- 5 Die Lösung dieser Aufgabe erfolgt erfindungsgemäß durch PTT-Stapelfasern sowie ein Verfahren zur Herstellung von PTT-Stapelfasern mit einer Intrinsic Viskosität von mindestens 0,70 dL/g gemäß den Angaben der Patentansprüche.
- 10 Unter PTT ist hierbei ein Polyester mit mindestens 90 Mol-% Trimethylenterephthalat-Einheiten zu verstehen. Als Comonomere eignen sich Isophthalsäure, 2,6-Naphthalindicarbonsäure, Ethylenglykol, Diethyenglykol, 1,4-Butandiol, 1,4-Cyclohexandimethanol. Bevorzugt ist Poly(trimethylenterephthalat)-Homopolymer und besonders bevorzugt solches mit geringem Anteil an während des Herstellungsprozesses gebildeten, vom 1,3-Propandiol abgeleiteten Äthergruppen. Die Intrinsic Viskosität der PTT-Stapelfasern liegt im Bereich von 0,7 bis 1,3 dL/g und besonders bevorzugt bei 0,75 bis 1,15 dL/g.
- 15
- 20 Ausgegangen wird von PTT-Schmelze, die entweder direkt dem Polykondensationsreaktor der PTT-Herstellung entnommen wird oder durch Aufschmelzen von PTT-Granulat erhalten wird. Die Polymerschmelze kann übliche Zusatzstoffe, wie Farbstoffe, Mattierungsmittel, Stabilisatoren, Antistatika, Gleitmittel, Verzweigungsmittel, in Mengen von insgesamt 0 bis 5,0 Gew.-% enthalten bzw. die Zusatzstoffe können der Schmelze auf ihrem Weg bis zu den Spinndüsen zugesetzt werden. Ausgeschlossen sind solche Zusatzstoffe, die Strukturkenndaten (z. B. Reißdehnung des Spinnfadens) merklich beeinflussen.
- 25

Erfindungsgemäß erfolgt die Herstellung von PTT-Stapelfasern, bevorzugt mit einem Titer von 0,8 bis 20 den, durch einen zweistufigen Spinn- und Streckprozeß, der folgende Schritte umfaßt:

- 5        1. Die PTT-Schmelze mit einem Polymerschmelzpunkt  $T_m$  wird dem Spinnsystem bei einer Schmelztemperatur  $T_s = T_m + k$  ( $^{\circ}$ C) zugeführt, wobei  $7 \leq k \leq 63$ , vorzugsweise  $23 \leq k \leq 41$ . Hierbei erfolgt das Führen und Verteilen der Schmelze bis zu dem Spinnbalken in Doppelmantel-Produktleitungen, die mit flüssigem  
10      und/oder dampfförmigem Wärmeträgermedium im äußeren Mantel der Leitungen in einem Temperaturbereich von 234 bis 290  $^{\circ}$ C beheizt sind. Andere Beheizungsarten sind möglich. Die Wandscherraten der Schmelze im Leitungssystem betragen 2 bis 128  $sec^{-1}$ , vorzugsweise 3,5 bis 16  $sec^{-1}$  in den Rohrleitungen und 12 bis 128  $sec^{-1}$  in  
15      statischen Mischelementen, die innerhalb gewisser Leitungsstücke installiert sind. Hierbei ist die Scherrate  $\gamma$  definiert durch die Scherrate im Leerrohr mal dem Mischerfaktor  $m$ , wobei der Mischerfaktor eine charakteristische Kenngröße des Mischertyps ist und für Sulzer-SMXL-Typen etwa 3,5 - 4 beträgt. Die Scherrate  $\gamma$  in  
20       $sec^{-1}$  berechnet sich gemäß

$$\gamma = \frac{4 \cdot 10^3 \cdot G}{\pi \cdot \delta \cdot R^3 \cdot 60} \cdot m$$

- 25      wobei       $G$  = Fördermenge des Polymeren (g/min),  
                   $\delta$  = Nenndichte des Polymeren (g/cm<sup>3</sup>),  
                   $R$  = Leerrohrradius [mm].

Die mittlere Verweilzeit der Schmelze in der Produktleitung bis zum Eintritt in den Spinnbalken beträgt maximal 30 min, bevorzugt maximal 25 min. Vorzugsweise wird die Leitungstemperatur  $T_L$  innerhalb obiger Grenzen so eingestellt, daß sie im Bereich  $T_L = T_s \pm 15$  °C liegt. In der Produktleitung sind optional mindestens eine Boosterpumpe, mindestens ein Polymerfilter, mindestens ein Polymerwärmetauscher und mindestens eine Absperr- und Verteilerarmatur enthalten.

10 2. Die PTT-Schmelze wird im Spinnbalken mindestens einer Spinnpumpe zugeführt, mittels des durch die Pumpe aufgebauten Druckes und in einer durch Wahl der Drehzahl der Pumpe eingestellten konstanten Fördermenge mindestens einem Spinndüsenpaket zugeführt, innerhalb des Spinndüsenpaketes durch Verteilereinrichtungen, Filter- und Schermedien gedrückt und durch die Löcher der Spinndüsenplatte zu Schmelzefäden ausgesponnen. Die Düsenlöcher können rund oder in einer beliebig anderen Geometrie ausgeführt sein.

20 Das Spinndüsenpaket kann von unten in den Spinnbalken eingesetzt werden und eine zylinderförmige Geometrie aufweisen, wobei die Düsenlöcher in der Düsenplatte über eine ringförmige Fläche symmetrisch verteilt sind.

25 Die Düsenplatten besitzen eine Lochdichte von 0,3 bis 20 Loch/cm<sup>2</sup>. Der Düsenlochmesser D wird als Funktion des Düsenlochdurchsatzes entsprechend

$$\sqrt[3]{\frac{F(\text{g/min})}{\zeta(\text{g/cm}^3) \cdot \pi \cdot 2}} \geq D(\text{mm}) \geq \sqrt[3]{\frac{F(\text{g/min})}{\zeta(\text{g/cm}^3) \cdot \pi \cdot 7}}$$

gewählt, wobei  $\zeta$  die Dichte der Schmelze ist und für Homo-PTT gleich 1,11 g/cm<sup>3</sup> ist.

5 Die Fördermenge F pro Düsenloch, bezogen auf den Fasertiter, liegt im Bereich F(g/min)/Titer(dtex) = (0,14 bis 0,66).

Die Verweilzeit der Schmelze im Düsenpaket beträgt maximal 4 min. Der Spinnverzug wird zwischen 1 : 30 und 1 : 160 gewählt und in bekannter Weise aus dem Verhältnis von Abzugsgeschwindigkeit zu 10 Spritzgeschwindigkeit an den Düsenlöchern ermittelt.

Die Beheizung des Spinnbalkens wird in dem Bereich von 234 - 290 °C so gewählt, daß folgende Beziehung gilt:  
15  $T_b$  (°C) =  $T_s$  +  $dT_w$  + 4/100 ·  $dp$ (bar) ± 15, wobei  $dT_w$  = Änderung der Schmelztemperatur im Wärmetauscher, die positiv für Heizung und negativ für Kühlung angesetzt wird und gleich 0 ist bei Anlagen ohne Wärmetauscher,  $dp$ (bar) = Gesamtdruckverlust der Schmelze bis zum Austritt aus der Spindüsenplatte.

20 3. Das Abkühlen der Schmelzfäden erfolgt mittels senkrecht zur Fadenlaufrichtung einströmender turbulensfreier Kühlluft einer Temperatur zwischen 5 und 25 °C, vorzugsweise 8 bis 18 °C. Die mittlere Ausströmgeschwindigkeit der Kühlluft aus dem 25 Gleichrichter beträgt 0,5 bis 2,0 m/sec. Die Anblaszonelängen liegen zwischen 50 und 2000 mm, vorzugsweise 150 bis 600 mm bei zum Fadenlauf konzentrischen Kühlungssystemen (Radialanblasung) und 500 bis 2000 mm bei Blasschächten mit Querstromanblasung, und besonders bevorzugt 150 - 300 mm für Fasertiter ≤ 5 den/Filament und 300 bis 600 mm für 12 - 20 den/Filament.

4. Die Präparierung der abgekühlten Spinnfäden erfolgt mit einer Öl-Wasser-Mischung. Es wird eine Wassermenge auf den Fäden zwischen 12 und 30 Gew.-%, vorzugsweise 18 bis 25 %, eingestellt.

5 Unmittelbar oder kurz danach werden die Filamente einer Spinnposition zu einem Filamentbündel zusammengefaßt. Anschließend erfolgt die Vereinigung der Filamentbündel der einzelnen Positionen zu einem Spinnkabel bevorzugt an der Spinnwand. Der Abzug des Spinnkabels erfolgt bei Geschwindigkeiten im Bereich von 600 bis 2000 m/min mittels eines Abzugswerkes, gefolgt von der Ablage des Spinnkabels in einer Kanne.

10 5. Die Kannen werden zu einem Gatter in einem auf 15 °C bis 35 °C, vorzugsweise 20 °C bis 27 °C temperierten Gatterraum zusammengestellt und einer Faserstrecke zugeführt. Der Abzug der Spinnkabel aus den Kannen erfolgt über ein Einlaufwerk, wonach mindestens ein Gesamtkabel aus einzelnen Spinnkabeln mittels Riet formiert wird.

15 20 Die Gesamtkabel werden in mindestens einer Verstreckstufe verstreckt, wahlweise unter Zuführung von einer temperierten Öl-Wasser-Mischung. Dabei soll ein Temperaturbereich von 20 - 100 °C eingehalten werden. Das Verstreckverhältnis (VV) wird entsprechend der Spinnfadendehnung  $R_d$  so gewählt, daß  $VV(\%) = 1 + \alpha \cdot R_d/100$ , mit  $\alpha = 0,25$  bis  $0,75$ , wobei kleinere  $\alpha$ -Werte für starke Titer und größere  $\alpha$ -Werte für kleinere Titer bevorzugt sind.

25 30 Anschließend erfolgt wahlweise, je nach angewandter Temperatur von maximal 210 °C, das Thermofixieren und Relaxieren in mindestens einer Stufe. Die Verstreckung, Thermofixierung und Relaxation erfolgen bei Geschwindigkeiten von 25 bis 400 m/min.

Die Auslaufgeschwindigkeit aus der Relaxzone beträgt bevorzugt mindestens 90 m/min, besonders bevorzugt 180 m/min bei Titern  $\leq 5$  dtex.

5 Das Abkühlen des Gesamtkabels unter die Glastemperatur wird vorzugsweise mit einer Öl-Wasser-Mischung bzw. mit reinem Wasser durchgeführt.

10 6. Anschließend werden die Teilkabel zu mindestens einem Kabel zusammengelegt und je einer Stauchkammerkräuselmaschine pro Kabel zugeführt. Optional erfolgt eine Nachavivage mit einer Öl-Wasser-Mischung und/oder eine Bedämpfung des Kabels als Kräuselungshilfe. Das nachfolgende Trocknen des Kabels in mindestens einer Trocknerstufe erfolgt mit Verweilzeiten von 0,5 bis 10 min bei 15 Temperaturen von 30 bis 200 °C, vorzugsweise 60 bis 165 °C. Das Schneiden des (der) erhaltenen Kabel auf eine Stapellänge von vorzugsweise zwischen 6 und 200 mm kann daran anschließen. Alternativ dazu gibt es die Möglichkeit, das (die) Kabel zu 20 verpacken und später in einem ausgelagerten Arbeitsgang zu Stapelfasern zu verarbeiten.

25 Auf diese Weise werden PTT-Stapelfasern erhalten mit bei Stapelfasern bislang nicht bekannter neuer Kombination von Eigenschaften, die sich wie folgt darstellen: hohe permanente Elastizität und Bauschigkeit der Fasern, eine neue Kombination von hoher Viskosität in Zusammenwirken mit den durch das Kraft-Dehnungs-Diagramm beschriebenen mechanischen Kenndaten, von Modul-Werten und der thermischen Schrumpf-Stabilität, wobei die 30 Anfärbung mit Dispersionsfarbstoffen ohne Zusatz von Carrier/Farbstoffaufziehhilfen möglich ist, und die Faser permanent fleckenabweisende Eigenschaften aufweist.

Charakteristisch für die erfindungsgemäßen PTT-Stapelfasern ist ein LASE-Wert bei 10 % Dehnung von 5 bis 12 cN/tex, ein Sekantenmodul bei einem Dehnungswert = ReiBdehnung minus 45 % (jedoch mindestens 5 %) von weniger als 1,0 cN/tex pro 1 % Dehnungsänderung und eine Kräuselbeständigkeit von über 75 %.  
5 Diese Eigenschaftskombination führt zu einer im Vergleich zu konventionellen Fasern überaus erwünschten Ästhetik und Gebrauchswertgüte. Die Färbeeigenschaften resultieren in einer erheblich besseren Umweltverträglichkeit des  
10 Nachverarbeitungsprozesses. Die Anwendungsbereiche sind in Textilien und Heimtexilien, insbesondere Teppichen zu sehen.

15 Die Erfindung wird nachfolgend an Hand von Beispielen näher erörtert, ohne die Erfindung auf diese Ausführungsbeispiele zu beschränken.

Beispiel 1:

PTT-Schnitzel mit einer I.V. von 0,93 dl/g, einem Schmelzpunkt  
20  $T_m = 227^\circ\text{C}$  und einem Wassergehalt von 20 ppm wurden in einem Extruder zu einer Schmelze von 255 °C aufgeschmolzen, und diese Schmelze durch eine Produktleitung gleicher Temperatur in ein Spinnsystem gedrückt. In der Produktleitung waren drei Mischer Typ SMXL der Firma Sulzer/Schweiz installiert, wobei die Scherrate in den Mischern  $28 \text{ sec}^{-1}$  bei einem  
25 Polymerdurchsatz von 2500 g/min betrug. Der Leitungsdurchmesser war so gewählt, daß die Scherrate in der freien Leitung  $7,9 \text{ sec}^{-1}$  betrug. Die mittlere Verweilzeit in der Produktleitung lag bei etwa 3 min.

Das Verspinnen der PTT-Schmelze erfolgte in einem Spinnsystem BN 100 der Firma Lurgi Zimmer AG mit Ringdüse und Radialabkühlschacht. Die Lochdichte der Spinndüsenplatte betrug 6,3 Loch/cm<sup>2</sup>. Die Spinnbalkentemperatur war 256 °C, wobei der Gesamtdruckverlust der 5 Schmelze bis zum Austritt aus der Spinndüse 140 bar betrug. Wärmetauscher waren nicht installiert. Die Verweilzeit im Düsenpaket ergab sich zu etwa 0,5 min.

Die aus der Düsenplatte austretenden Schmelzefäden wurden mittels 10 radial von außen nach innen geführter Kühlluft in einer Menge von 1400 Nm<sup>3</sup>/h und mit einer Temperatur von 8 °C abgekühlt. Die verfestigten Spinnfäden wurden in einem Abstand von 850 mm von der Unterseite der Düsenplatte entfernt an einen Ringöler angelegt und mit einem Wasser-Öl-Gemisch beaufschlagt, so daß die Wassermenge auf 15 den Spinnfäden etwa 25 Gew.-% betrug und ein sehr stabiler Fadenlauf resultierte. Die Spinnabzugsgeschwindigkeit betrug 900 m/min. Nach dem Abziehen wurden die Spinnfäden mittels eines Haspelwerkes in Form von Spinnkabeln in Spinnkannen abgelegt.

20 Das separate Verstrecken der Spinnkabel in einer Faserstrecke erfolgte in zwei Stufen. Anschließend wurden die Spinnkabel thermofixiert bei geringfügiger Relaxation, abgekühlt, gekräuselt, getrocknet und zu Stapelfasern geschnitten. Die Produktionsgeschwindigkeit in der Faserstrecke, entsprechend der Geschwindigkeit des Walzenwerkes am 25 Auslauf aus der letzten Verstreckzone, betrug 100 m/min.

Weitere Verfahrens-Parameter und die textilen Kenndaten der 30 Stapelfasern sind der Tabelle zu entnehmen. Anzumerken ist, daß der gemessene Spinnriter im Vergleich zum theoretischen Wert durch Unsicherheiten der Messung, Relaxation in der Kanne oder Wasser/Ölaufage um bis zu ± 5 % abweichen kann. Die Stapelfasern

konnten ohne Zusatz von Carrier/Farbstoffaufziehhilfen mit Dispersionsfarbstoffen, wie Terasil Marineblau GRL/C von Ciba/CH bei 95 °C eingefärbt werden.

- 5 Die Intrinsic Viskositäten (I.V.) wurden an einer Lösung von 0,5 g PTT in 100 ml eines Gemisches aus Phenol und 1,2-Dichlorbenzol (3 : 2 Gewichtsteile) bei 25 °C gemessen.

10 Schmelzpunkt und Glaspunkt wurden mittels DSC bei einer Aufheizrate von 10 °C/min ermittelt, nachdem die Probe zuvor kurz aufgeschmolzen und sofort wieder abgeschreckt worden war.

15 Die Titer- und Kraft-Dehnungs-Eigenschaften der Fasern wurden mit dem Geräteset, Vibrotex und Vibrodyn, der Firma Lenzing/Österreich ermittelt. Die Einspannlänge betrug 20 mm, das Vorspanngewicht abhängig vom Titer 100 mg/dtex und die Prüfgeschwindigkeit 20 mm/min.

20 Die LASE-Werte (load at specific elongation) konnten durch Eingabe der Bezugsdehnungen direkt am Auswertegerät entnommen werden. Der Sekantenmodul wurde durch Anlegen einer Sekante bei dem Dehnungswert = (Reißdehnung minus 45 %), jedoch mindestens 5 %, ermittelt und die Steigung dieser Geraden in (cN/tex) in bezug auf 1 % Dehnungsänderung ausgewertet.

25 Der Heißluftschrumpf wurde im Heizschränk bei einer Temperaturbehandlung von 180 °C über eine Verweilzeit von 20 min ohne Vorspannung der Faser ermittelt.

30 Die Kräuselbögen wurden visuell ausgezählt. Die Kräuselwerte wurden nach der Methode und mit dem Gerät Vibrotex von Lenzing/AT ermittelt.

**Beispiel 2:**

Entsprechend den Ausführungen des Beispiels 1, jedoch unter Berücksichtigung der in der Tabelle dargelegten Parameter, wurden 5 Stapelfasern in Teppich-Qualität mit einem Titer von 17 dtex hergestellt und die Ergebnisse in der Tabelle angeführt.

Die Fasern zeichneten sich durch hervorragendes Bausch- und Kräuselungserholungsverhalten aus.

Tabelle

Beispiel Nr.		1	2
PTT-Schmelzpunkt $T_m$	°C	227	227
PTT-Glaspunkt	°C	46	46
PTT - I.V.	dL/g	0,93	0,93
Schmelztemperatur $T_s$	°C	255	255
Leitungstemperatur $T_L$	°C	255	255
Scherrate Leitung	sec <sup>-1</sup>	7,9	7,9
Scherrate Mischer	sec <sup>-1</sup>	28	28
Temperaturänderung im Wärmetauscher	dT <sub>w</sub> °C	0	0
Gesamtdruckverlust	dp(bar)	140	175
Spinnbalkentemperatur	°C	256	256
Lochdichte Düsenplatte	n/cm <sup>2</sup>	6,3	1
Fördermenge pro Düsenloch	g/min	0,668	4,15
Spinnverzug	1:	77	12
Anblaslänge	mm	200	300
Kühlluft-Temperatur	°C	8	8
Kühlluft-Menge	Nm <sup>3</sup> /h	1400	1500
mittlere Kühlluft-Geschwindigkeit	m/sec	1,5	1,1
Spinnpräparationskonzentration	%	0,5	0,5
Abzugsgeschwindigkeit	m/min	900	800
Faserstrecke-Einlaufgeschwindigkeit	m/min	32,8	19,2
1. Streckzone-Temperatur	°C	57	57
Streckzone-Verstreckverh.	1:	2,7	3,4
2. Streckzone-Temperatur	°C	70	80
Streckzone-Verstreckverh.	1:	1,13	1,15
Fixierzone-Temperatur	°C	90	100
Fixierzone-Relaxbetrag	1:	0,94	1,00
Auslaufgeschw.-Relaxzone	m/min	94	75
Trockner-Temperatur	°C	70	150
Trockner-Verweilzeit	min	2,5	2,5
Gesamtverstreckverhältnis	1:	3,05	3,91
Tatsächlicher Relaxbetrag der Faser	1:	0,90	0,74

Tabelle (Fortsetzung)

Beispiel Nr.		1	2
<b>Spinnfäden</b>			
- Titer	dtex	7,87	50,6
- Reißfestigkeit	cN/tex	13,9	10,7
- Reißdehnung	%	314	613
- I.V.	dl/g	0,90	0,90
- Dichte	g/cm <sup>3</sup>	1,3207	1,3178
<b>Stapelfasern</b>			
- Titer	dtex	3,05	17,2
- CV-Titer	%	5	5,3
- Reißfestigkeit	cN/dtex	35,8	28,0
- Reißdehnung	%	54,9	72,4
- CV-Reißdehnung	%	9,2	12,1
- LASE (2 %)	cN/tex	3	2,5
- LASE (5 %)	cN/tex	6	5
- LASE (10 %)	cN/tex	7,9	7,2
- Sekantenmodul (R <sub>d</sub> -45 %)	cN/tex pro 1 %	0,5	0,32
- Anzahl Kräuselbögen	n/cm	11	13
- Kräuselwert	%	12	13
- Kräuselbeständigkeit	%	86	81
- Heißluftschrumpf	%	16	3
- Schnittlänge	mm	38	150

- 5 Mit dem beschriebenen Verfahren lassen sich auch andere Titer, insbesondere feinere Titer wie Mikrofilamente von bis zu 0,8 den und weniger, herstellen. So kann durch Erniedrigung des Schmelzedurchsatzes durch die Spindüse oder Erhöhung der Düsenlochzahl bei konstant gehaltenem Durchsatz nach den dem Fachmann geläufigen Mitteln der Titer abgesenkt werden.
- 10

## Patentansprüche:

1. PTT-Stapelfasern, dadurch gekennzeichnet, daß sie eine Intrinsic Viskosität im Bereich von 0,70 - 1,3 dl/g, einen LASE (10 %) von 5 bis 12 cN/tex, einen Sekantenmodul ( $R_d$ -45 %) von < 1,0 cN/tex pro 1 %, eine Kräuselbeständigkeit von > 75 % aufweisen und ohne Zusatz von Carrier/Farbstoffaufziehhilfen mit Dispersionsfarbstoffen anfärbar sind.
- 10 2. PTT-Stapelfasern gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß sie eine Intrinsic Viskosität im Bereich von 0,75 bis 1,15 dl/g und einen Titer im Bereich von 0,8 bis 20 den aufweisen.
- 15 3. Verfahren zur Herstellung von PTT-Stapelfasern mit einer Intrinsic Viskosität von mindestens 0,70 dl/g durch einen zweistufigen Spinn- und Streckprozeß, dadurch gekennzeichnet, daß
  - 20 a) eine PTT-Schmelze mit einer Temperatur  $T_s$  (°C) =  $T_M$  + k, wobei  $T_M$  die Schmelztemperatur des PTT und  $7 \leq k \leq 63$  ist, durch eine mittels eines externen Wärmeträgermediums mit einer Temperatur  $T_L$  im Bereich von 234 bis 290 °C beheizte Produktleitung einem auf  $T_B$  234 bis 290 °C beheizten Spinnbalken mit in Strömungsrichtung mindestens je einer(m) Spinnpumpe, Spindüsenpaket und Düsenplatte mit einer Lochdichte von 0,3 bis 20 Loch/cm<sup>2</sup> zugeführt und durch die mindestens eine Düsenplatte zu Schmelzfäden versponnen wird, wobei die mittlere Verweilzeit der PTT-Schmelze in der Produktleitung weniger als 30 min und im Spindüsenpaket maximal 4 min und der Spinnverzug 1 : 30 bis 1 : 160 beträgt, 25 und die Fördermenge F in g/min pro Düsenloch bezogen auf den Fasertiter in dtex im Bereich 0,14 bis 0,66 liegt,
- 30

- b) die Schmelzefäden mit senkrecht zur Fadenlaufrichtung einströmender, turbulenzfreier Kühlluft von 5 bis 25 °C bei einer mittleren Luftaustrittsgeschwindigkeit von 0,5 bis 2,0 m/sec und einer Anblaszonenlänge von 50 bis 2000 mm abgekühlt werden, und
- 5 die abgekühlten Fäden mit einer Wasser-Öl-Mischung so beaufschlagt werden, daß 12 bis 30 Gew.-% Wasser auf den Fäden verbleiben, und die Fäden zu Filamentbündeln zusammengefaßt werden, die ihrerseits zu Spinnkabeln vereinigt werden, welche mit einer Abzugsgeschwindigkeit im Bereich von 600 bis 2000 m/min abgezogen
- 10 und in Kannen abgelegt werden,
- c) die Spinnkabel aus den Kannen über ein Einlaufwerk und Riet abgezogen und einer Faserstrecke zugeführt werden, in der sie in mindestens einer Verstreckstufe bei 20 bis 100 °C verstreckt,
- 15 wahlweise bei maximal 210 °C thermofixiert und relaxiert werden, wobei die Produktionsgeschwindigkeit 25 bis 400 m/min beträgt, anschließend unter die Glasumwandlungstemperatur abgekühlt werden und nach Zusammenlegen zu mindestens einem Kabel in je einer Strauchkammerkräuselmaschine pro Kabel gekräuselt werden, die
- 20 Kabel wahlweise mit einer Öl-Wasser-Mischung nachpräpariert und danach bei 30 bis 200 °C innerhalb von 0,5 bis 10 min getrocknet und schließlich in einem direkt anschließenden oder separatem Arbeitsgang zu Stapelfasern geschnitten werden.
- 25 4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß  $T_L = T_s \pm 15$  °C innerhalb des Bereiches von 234 bis 290 °C ist und die Wandscherrate der PTT-Schmelze in der Produktleitung 2 bis 128 sec<sup>-1</sup> beträgt.
- 30 5. Verfahren nach Anspruch 3 oder 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Produktleitung in Stufe a) wahlweise mindestens je ein(e)

5 statisches Mischelement, Boosterpumpe, Polymerfilter, Polymerwärmetauscher, Absperr- und Verteilerarmatur einschließt, und die Wandscherrate der PTT-Schmelze in der freien Produktleitung 3,5 bis 16 sec<sup>-1</sup> und innerhalb eines statischen Mischelementes 12 bis 128 sec<sup>-1</sup> beträgt.

6. Verfahren nach einem der Ansprüche 3 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß der Düsenlochdurchmesser D entsprechend

10 
$$\sqrt[3]{\frac{F(\text{g/min})}{\zeta(\text{g/cm}^3) \cdot \pi \cdot 2}} \geq D(\text{mm}) \geq \sqrt[3]{\frac{F(\text{g/min})}{\zeta(\text{g/cm}^3) \cdot \pi \cdot 7}}$$

gewählt wird, und  $T_b(\text{°C}) = T_s + dT_w + 4/100 \cdot dp(\text{bar}) \pm 15$  ist, wobei  $\zeta$  die Dichte der PTT-Schmelze,  $dT_w$  die Änderung der Schmelztemperatur im Wärmetauscher, die positiv für Heizung und negativ für Kühlung angesetzt wird, und  $dp(\text{bar})$  der Gesamtdruckverlust der Schmelze bis zum Austritt aus der Spinndüsenplatte ist.

15 7. Verfahren nach einem der Ansprüche 3 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Anblaszonenlänge 150 bis 600 mm bei Radialanblasung und 500 bis 2000 mm bei Querstromanblasung beträgt.

20 8. Verfahren nach einem der Ansprüche 3 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß das Verstreckverhältnis VV entsprechend  $VV(\%) = 1 + \alpha \cdot R_d/100$  eingestellt wird, wobei  $R_d$  die Dehnung in % des Spinnfadens und  $\alpha = 0,25$  bis  $0,75$  ist, und die Auslaufgeschwindigkeit aus der Relaxzone mindestens 90 m/min beträgt.

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Internatinal Application No

PCT/EP 00/06923

**A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER**  
IPC 7 D01F6/62

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

**B. FIELDS SEARCHED**

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)  
IPC 7 D01F

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

PAJ, EPO-Internal, WPI Data

**C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT**

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 1999, no. 12, 29 October 1999 (1999-10-29) & JP 11 189938 A (TORAY IND INC), 13 July 1999 (1999-07-13) abstract	1-8
A	GB 1 254 826 A (FIBER INDUSTRIES INC) 24 November 1971 (1971-11-24) the whole document	1-8
A	WO 95 22650 A (DEGUSSA ; HIRT PETER (DE); KUEHL GILBERT (DE); PIANA HERMANN (US);) 24 August 1995 (1995-08-24) the whole document	1-8



Further documents are listed in the continuation of box C.



Patent family members are listed in annex.

\* Special categories of cited documents :

- \*A\* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- \*E\* earlier document but published on or after the international filing date
- \*L\* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- \*O\* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- \*P\* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

\*T\* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

\*X\* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

\*Y\* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

\*&\* document member of the same patent family

Date of the actual completion of the International search

21 November 2000

Date of mailing of the International search report

30/11/2000

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl.  
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Tarrida Torrell, J

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**

Information on patent family members

International Application No

PCT/EP 00/06923

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)		Publication date
JP 11189938	A	13-07-1999	NONE		
GB 1254826	A	24-11-1971	BE	747243 A	14-09-1970
			CA	978715 A	02-12-1975
			DE	2011813 A	01-10-1970
			FR	2038039 A	31-12-1970
			JP	49021256 B	30-05-1974
			NL	7003565 A	15-09-1970
			US	4159617 A	03-07-1979
WO 9522650	A	24-08-1995	AT	162242 T	15-01-1998
			CA	2183736 A	24-08-1995
			DE	19505576 A	24-08-1995
			DE	59501289 D	19-02-1998
			DK	746648 T	14-09-1998
			EP	0746648 A	11-12-1996
			ES	2112046 T	16-03-1998
			GR	3026379 T	30-06-1998
			JP	9509225 T	16-09-1997
			US	5782935 A	21-07-1998

# INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Intern. nationales Aktenzeichen

PCT/EP 00/06923

A. KLASIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES  
IPK 7 D01F6/62

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

## B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierte Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)  
IPK 7 D01F

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

PAJ, EPO-Internal, WPI Data

## C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie <sup>a</sup>	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 1999, no. 12, 29. Oktober 1999 (1999-10-29) & JP 11 189938 A (TORAY IND INC), 13. Juli 1999 (1999-07-13) Zusammenfassung ----	1-8
A	GB 1 254 826 A (FIBER INDUSTRIES INC) 24. November 1971 (1971-11-24) das ganze Dokument ----	1-8
A	WO 95 22650 A (DEGUSSA ; HIRT PETER (DE); KUEHL GILBERT (DE); PIANA HERMANN (US);) 24. August 1995 (1995-08-24) das ganze Dokument ----	1-8

Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen

Siehe Anhang Patentfamilie

- Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :
- "A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist
- "E" älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist
- "L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)
- "O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht
- "P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist
- "T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist
- "X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erforderlicher Tätigkeit beruhend betrachtet werden
- "Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erforderlicher Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist
- "&" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche	Absendedatum des internationalen Recherchenberichts
21. November 2000	30/11/2000
Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016	Bevollmächtigter Bediensteter Tarrida Torrell, J

# INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Intern. Klasse als Aktenzeichen

PCT/EP 00/06923

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie		Datum der Veröffentlichung
JP 11189938 A	13-07-1999	KEINE		
GB 1254826 A	24-11-1971	BE	747243 A	14-09-1970
		CA	978715 A	02-12-1975
		DE	2011813 A	01-10-1970
		FR	2038039 A	31-12-1970
		JP	49021256 B	30-05-1974
		NL	7003565 A	15-09-1970
		US	4159617 A	03-07-1979
WO 9522650 A	24-08-1995	AT	162242 T	15-01-1998
		CA	2183736 A	24-08-1995
		DE	19505576 A	24-08-1995
		DE	59501289 D	19-02-1998
		DK	746648 T	14-09-1998
		EP	0746648 A	11-12-1996
		ES	2112046 T	16-03-1998
		GR	3026379 T	30-06-1998
		JP	9509225 T	16-09-1997
		US	5782935 A	21-07-1998